SNI 07-1172-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji kimia kadar vanadium dalam aluminium dan paduan aluminium

ICS 77.120.10

Badan Standardisasi Nasional

DAFTAR ISI

Halaman

CARA UJI KIMIA KADAR VANADIUM DALAM ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji kimia kadar vanadium dalam aluminium dan paduan aluminium.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 — 85,[1] *Pengambilan Contoh Uji Logam-logam Bukan Besi dan Paduannya untuk Uji Komposisi Kimia.*

3. CARA UJI

Cara uji dapat dilakukan sesuai dengan salah satu metoda :
Metoda fotometri dengan n-Benzoil N-fenilhidroksilamin (BPHA).

3.1. Metoda A

Batas konsentrasi 0,002 — 0,16 %.

3.2. Metoda B

Batas konsentrasi sampai dengan 0,05 %.

3.1.1. Metoda fotometri dengan n-Benzoil N-fenilhidroksilamin (BPHA) (Metoda A).

3.1.1.1. Prinsip

Setelah contoh dilarutkan dalam asam, vanadium dioksidasi dengan kalium permanganat ($KMnO_4$).
Vanadium dikomplekskan dengan n-benzoil N-fenilhidroksilamin, kemudian diekstrak dengan kloroform dan diukur serapannya pada panjang gelombang 530 nm.

3.1.1.2. Pereaksi

1) Kloroform, $CHCl_3$ p.a.

2) Larutan n-benzoil N-fenilhidroksilamin (1 g/l).
Larutkan 0,250 g BPHA dalam 100 ml kloroform, tuangkan ke dalam 250 ml labu ukur kering, encerkan dengan kloroform sampai tanda tera dan kocok. Simpan dalam botol coklat, pereaksi ini stabil paling lama 2 bulan.

3) Larutan baku vanadium A (1 ml = 0,100 mg V).
Larutkan 0,1785 g pereaksi V_2O_5 yang telah dibakar pada 300 °C selama 1 sampai 2 jam dalam 20 ml NaOH (5 g/100 ml).
Tambahkan 25 ml H_2SO_4 (1 + 1) dan dinginkan pada suhu kamar, tuangkan ke dalam 1 liter labu ukur, encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok. Simpan dalam botol polietilin.

4) Larutan baku vanadium B (1 ml = 0,010 mg V).
Pipet 25 ml larutan vanadium A ke dalam 250 ml labu ukur, encerkan sampai tanda tera dan kocok. Simpan dalam botol polietilin.

5) Larutan kalium permanganat ($KMnO_4$) (2 g/l).
Larutkan 0,20 g $KMnO_4$ dalam air dan encerkan sampai 100 ml.

3.1.1.3. Peralatan

Fotometer sel tunggal atau sel ganda.

3.1.1.4. Prosedur

1) Timbang contoh sesuai dengan ketentuan.

Vanadium (%)	Berat contoh (g)
0,002 — 0,025	1,00
0,025 — 0,070	0,50
0,070 — 0,160	0,25

2) Masukkan contoh kedalam gelas kimia 250 ml.
Tambah 25 ml air, 7 ml H_2SO_4 (1 + 1), dan 2 ml HCl. Tutup dengan kaca arloji, jika perlu panaskan hati-hati sampai reaksi sempurna dan dinginkan.

3) Saring, dengan menggunakan kertas saring sedang, ke dalam 250 ml gelas kimia, cuci dengan air panas dan simpan filtrat.

4) Jika ada residu, pindahkan kertas saring dan residu ke dalam cawan platina, keringkan dan bakar pada 500 °C (catatan 1).
Dinginkan, tambah 5 ml HF dan tambah HNO_3 tetes demi tetes sampai jernih.
Uapkan sampai kering, dinginkan dan larutkan residu dalam 5 tetes H_2SO_4 (1 + 1) dan sedikit mungkin air. Panaskan untuk melarutkan garam-garam dan tambah larutan ke dalam filtrat 3).

5) Filtrat dari 3) dan 4) tambah 20 ml H_2SO_4 (1 + 1) tutup dengan kaca arloji dan hati-hati uapkan sampai ke luar asap putih H_2SO_4.
Kurangi pemanasan untuk menjaga percikan dan teruskan penguapan selama 15 menit untuk menghilangkan klorida. Setelah didinginkan, bilas dengan 30 ml air dan panaskan untuk melarutkan garam. Encerkan sampai 75 ml dan didihkan larutan selama 5 menit. Dinginkan, dan pindahkan ke dalam 250 ml corong pemisah.
Encerkan sampai 100 ml dan lanjutkan pengerjaan sesuai dengan butir 3.1.1.5. 3).

6) Larutan pembanding.
Siapkan larutan pembanding seperti pada butir 3.1.1.5. 2).

7) Pengembangan warna.
Kerjakan seperti pada butir 3.1.1.5. 3).

8) Fotometer.
Catat pembacaan fotometer dari larutan contoh seperti pada 3.1.1.5. butir 7).

3.1.1.5. Pembuatan kurva kalibrasi

1) Larutan kalibrasi.
Pipet 5, 10, 20, 30 dan 40 ml larutan vanadium B, masukkan ke dalam masing-masing 250 ml corong pemisah. Tambahkan masing-masing 27 ml H_2SO_4 (1 + 1). Encerkan sampai 100 ml dengan air dan pengerjaan selanjutnya seperti pada butir 3.1.5. 3).

2) Larutan pembanding.
Pindahkan 27 ml H_2SO_4 (1 + 1), kedalam 250 ml corong pemisah, encerkan 100 ml dengan air dan pengerjaan selanjutnya seperti pada butir 3.1.5. 3).

3) Pengembangan warna.
Teteskan larutan $KMnO_4$ ke dalam larutan yang ada dalam corong pemisah, kocok sampai warna merah muda tidak berubah selama 10 menit.
Tambahkan 20 ml larutan BPHA dan 34 ml HCl, kocok selama 1 menit dan diamkan sampai lapisan terpisah. Tampung Lapisan $CHCl_3$ dalam labu ukur 50 ml yang kering.
Ekstraksi kembali dengan larutan BPHA dan gabungkan dengan larutan hasil ekstraksi di atas. Encerkan dengan $CHCl_3$ sampai tanda tera dan kocok. Biarkan larutan ekstraksi paling sedikit 1 jam sebelum dilakukan pembacaan fotometer.

4) Fotometer.
Fotometer sel ganda.
Ukur koreksi sel menggunakan sel serapan 10 mm, yang bertutup pada panjang ± 530 nm (Catatan). Fotometer sel tunggal.
Pindahkan larutan pembanding ke dalam sel serapan yang bertutup dan atur titik nol fotometer pada panjang gelombang ± 530 nm.
Sementara keadaan fotometer dipertahankan, ukur larutan-larutan kalibrasi.
Kurva kalibrasi.
Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar vanadium, mg per 50 ml larutan.

Catatan :

Prosedur ini berlaku untuk sel serapan ukuran 20 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat digunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan pereaksi.

3.1.1.6. Perhitungan

Konversikan pembacaan fotometer dari larutan uji ke dalam mg vandium dengan kurva kalibrasi. Kadar vanadium dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar vanadium} = \frac{A}{B} \times 100\ \%$$

Di mana :

A = banyaknya vanadium yang terdapat dalam 50 ml larutan contoh (g).
B = berat contoh dalam 50 ml larutan contoh (g).

3.1.2. Metoda Fotometri dengan n-Benzoil N-fenilhidroksilamin (BPHA) (Metoda B).

3.1.2.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan larutan natrium hidroksida (NaOH), dan larutan hidrogen peroksida (H_2C_2). Larutan diasamkan dengan asam sulfat (H_2SO_4), setelah vanadium di-oksidasi dengan kalium permanganat ($KMnO_4$), vanadium (V^{+5}) diekstraksi dengan larutan n-benzoil N-fenil-

hidroksilamin (BPHA), kemudian diukur pada panjang gelombang ± 440 nm.

3.1.2.2. Pereaksi

1) Asam sulfat, H_2SO_4 (1 + 1).
2) Asam fosfat, H_3PO_4.
3) Larutan natrium hidroksida, NaOH.
Timbang 20 g NaOH, larutkan dalam 100 ml air, dan disimpan dalam botol polietilin.
4) Larutan hidrogen peroksida, H_2O_2 (30 %).
5) Larutan natrium nitrit, $NaNO_2$ (0,5 % b/v).
6) Natrium sulfat, Na_2SO_4 (bebas air).
7) Larutan urea, $CO(NH_2)_2$ (20 % b/v).
8) Larutan n-Benzoil N-fonilhidroksilamin (larutan BPHA).
Timbang 0,2 g n-Benzoil N-fenilhidroksilamin, larutkan dalam campuran 20 ml etil alkohol dengan 80 ml kloroform.
9) Larutan baku vanadium (5 µg V/ml).
Timbang 0,2296 g meta amonium vanadat p.a.
Masukkan ke dalam gelas kimia 500 ml, tambah kira-kira 200 ml air, larutkan dengan sedikit pemanasan. Dinginkan lalu pindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml encerkan dengan air sampai tenda tera.
Pipet 50 ml larutan diatas, dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera.

3.1.2.3. Peralatan

Fotometer sel tunggal atau sel ganda.

3.1.2.4. Prosedur

1) Timbang contoh sesuai dengan ketentuan :

Konsentrasi Vanadium (%)			Berat contoh
Sampai		0,001	2,00
0,001	—	0,01	1,00
0,01	—	0,05	0,20

dan masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambahkan larutan natrium hidroksida, NaOH, dan tutup dengan kaca arloji kemudian larutkan pelan-pelan dengan pemanasan.
Setelah hampir seluruhnya larut, tambahkan 3—4 ml larutan H_2O_2, lanjutkan pemanasan sehingga seluruhnya larut.

2) Tambahkan kira-kira 30 ml air dan asam sulfat, H_2SO_4 (1 + 1) (catatan 1) panaskan, setelah seluruhnya larut, dinginkan hingga suhu kamar.

3) Pindahkan ke dalam corong pemisah 200 ml, bilas gelas kimia dengan sedikit air, dan satukan dengan cairan sebelumnya. Tambah air sehingga volume cairan menjadi 90 — 100 ml, kemudian tambahkan 2—3 tetes larutan kalium permanganat, $KMnO_4$, sambil digoyang-goyang, biarkan 10 menit (catatan 2), kemudian tambah 5 ml larutan urea, $CO(NH_2)_2$, sambil digoyang-goyang teteskan larutan natrium nitrit, $NaNO_2$ hingga warna merah ungu hilang. Bilas corong pemisah, kira-kira 10 sekon, kocok kuat sehingga kelebihan $NaNO_2$ larut.

4) Tambahkan 3 ml asam sulfat, H_2SO_4 setelah dicampurkan dengan digoyang-goyang, tambahkan persis 10 ml larutan BPHA, kemudian kocok campuran dengan kuat selama 3 menit.

5) Diamkan sementara waktu, pisahkan lapisan kloroform secepatnya (catatan 5), kemudian masukkan satu bagian kedalam sel serapan fotometer, selanjutnya ukur serapannya pada panjang gelombang ± 440 nm (catatan 4, 5, dan 6).

3.1.2.5. Pembuatan kurva kalibrasi

1) Masukkan larutan baku vanadium dengan volume yang tepat dan jumlah berbeda secara bertahap (Vanadium = 0 — 0,1 mg) ke dalam beberapa corong pemisah 200 ml, masing-masing tambahkan 100 ml asam sulfat, H_2SO_4 (1 + 1) dan air, volume larutan menjadi 90 — 100 ml. Pengerjaan selanjutnya seperti prosedur 3.2.4. 3) dilakukan proses penambahan larutan kalium permangant.

2) Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar vanadium dalam larutan baku.

3.1.2.6. Perhitungan

Banyaknya vanadium didapat dari kurva kalibrasi yang dibuat menurut butir 3.1.2.5. Kadar vanadium di dalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar vanadium} = \frac{A}{B} \times 100\,\%$$

Di mana :

A = Banyaknya vanadium yang didapat dalam larutan contoh (g).
B = Berat contoh (g).

Catatan :

1) Volume larutan natrium hidroksida, NaOH dan asam sulfat, H_2SO_4 (1 + 1) yang dipergunakan pada dasarnya sesuai dengan ketentuan berikut ini :

Buat Contoh (g)	Volume Larutan NaOH yang Dipakai (ml)	Volume Asam Sulfat (1+1) yang Dipakai (ml)
2	30	35
1	20	25
0,2	10	15

2) Dalam hal ini jika warna merah ungu dari kalium permanganat, $KMnO_4$ tidak ada, selanjutnya tambahkan 1—2 tetes larutan kalium permanganat, warna sedikit merah ungu dipertahankan.

3) Pada kaki corong pemisah, kotoran lapisan kloroform yang tertahan, diambil dengan kertas saringan atau absorban cotton yang telah dikeringkan atau setelah dipisahkan, sebaiknya di-dehidrasisasi dengan penambahan kira-kira 1 g tepung natrium sulfat, Na_2SO_4 (bebas air).

4) Warna vanadium BPHA yang telah ekstrasi dalam lapisan kloroform adalah stabil sedikit-dikitnya selama 1 jam, perlu diperhatikan jangan terjadi penguapan dari pelarut dan perubahan suhu.

5) Larutan pembanding, dipakai larutan BPHAnya 3-1-2 (larutan urea, 20 % b/v).

6) Prosedur ini berlaku untuk sel serapan ukuran 10 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat digunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan pereaksi.

Catatan :

1) diubah menjadi : SNI. 1157-1989-A
SII. 1465-85